



# 中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3030—2006

## 水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定 气相色谱法

Determination of pentachlorophenol and its sodium salt residues in  
fishery products Gas chromatography method

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会归口。

本标准起草单位：江苏省水产质量检测中心、江苏省淡水水产研究所。

本标准主要起草人：葛家春、费志良、吴光红、朱晓华、杨洪生、张美琴、王静、吴蓓琦、刘畅。

## 水产品中五氯苯酚及其钠盐 残留量的测定 气相色谱法

### 1 范围

本标准规定了水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的气相色谱测定方法。  
本标准适用于水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 原理

酸性条件下将样品中的五氯酚钠转化为五氯苯酚,用正己烷萃取,碳酸钾溶液反萃取,加乙酸酐与五氯酚盐反应生成五氯苯乙酸酯,用配有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

### 4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 一级水指标。

- 4.1 正己烷:色谱纯。
- 4.2 乙酸酐。
- 4.3 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,贮于干燥器中备用。
- 4.4 碳酸钾溶液[ $c(\text{K}_2\text{CO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ ]:取13.8 g无水碳酸钾溶于水中,加水至1 000 mL。
- 4.5 50%硫酸溶液:浓硫酸缓慢加入等体积蒸馏水中,配制成50%硫酸溶液。
- 4.6 五氯苯酚:标准品,纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.7 五氯苯酚标准储备液:准确称取0.050 0 g五氯苯酚标准品,用碳酸钾溶液定容至100 mL,配制成浓度为500  $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。4℃保存,有效使用期为3个月。
- 4.8 五氯苯酚标准工作液:以碳酸钾溶液稀释标准储备液,配制成0.3  $\mu\text{g/L}$ 、1  $\mu\text{g/L}$ 、5  $\mu\text{g/L}$ 、10  $\mu\text{g/L}$ 、50  $\mu\text{g/L}$ 、100  $\mu\text{g/L}$ 系列浓度的标准工作液。

### 5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器。
- 5.2 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ 。
- 5.3 离心机:4 000 r/min。
- 5.4 匀浆机。
- 5.5 涡旋混合器。
- 5.6 分析天平:感量0.000 1 g。

5.7 25 mL、50 mL 具磨口塞离心管。

5.8 10 mL 离心管。

## 6 测定步骤

### 6.1 样品预处理

#### 6.1.1 制样

取水产品可食部分,切成不大于 $0.5\text{ cm}\times 0.5\text{ cm}\times 0.5\text{ cm}$ 的小块,打成肉糜混匀备用。

#### 6.1.2 提取

称取约 $1\text{ g}$ (精确到 $0.01\text{ g}$ )的试样于 $50\text{ mL}$ 具塞离心管中,加入 $8\text{ mL}$  $50\%$ 硫酸溶液,用匀浆机分散成悬浊液。 $80^{\circ}\text{C}$ 水浴 $30\text{ min}$ 。冷却后加 $10\text{ mL}$ 正己烷,涡旋混匀 $2\text{ min}$ , $4\ 000\text{ r/min}$ 离心 $5\text{ min}$ ,抽取上层正己烷置于另一 $50\text{ mL}$ 具塞离心管中,再加 $10\text{ mL}$ 正己烷抽提一次,合并提取液。

#### 6.1.3 净化

在提取液中加入 $4\text{ mL}$ 碳酸钾溶液,涡旋混匀 $2\text{ min}$ , $4\ 000\text{ r/min}$ 离心 $3\text{ min}$ ,吸取碳酸钾提取液于 $25\text{ mL}$ 具塞离心管,再加 $4\text{ mL}$ 碳酸钾溶液重复提取一次,合并碳酸钾提取液。

#### 6.1.4 衍生

碳酸钾提取液中加入 $0.2\text{ mL}$ 乙酸酐,振摇 $3\text{ min}$ 并不断放气,加 $2.5\text{ mL}$ 正己烷萃取,正己烷萃取液移于 $5\text{ mL}$ 容量瓶中,再加 $2.0\text{ mL}$ 正己烷重复萃取一次,合并正己烷萃取液,定容至 $5\text{ mL}$ ,再加入约 $2\text{ g}$ 无水硫酸钠脱水,溶液移入进样瓶,待测。

### 6.2 标准工作液的衍生

准确吸取 $0.3\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $1\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $5\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $50\text{ }\mu\text{g/L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{g/L}$ 的标准工作液各 $5.0\text{ mL}$ ,分别置于 $25\text{ mL}$ 具塞试管中,加 $3\text{ mL}$ 碳酸钾溶液,按6.1.4步骤操作。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 气相色谱条件

色谱柱:毛细管柱,填料:35%聚二苯基二甲基硅氧烷,[(35%-Phenyl)-methylpolysiloxane,如DB-35MS],规格: $30\text{ m}\times 0.25\text{ mm}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ ,或相当者。

进样口温度: $250^{\circ}\text{C}$ 。

检测器温度: $300^{\circ}\text{C}$ 。

柱温:起始温度 $140^{\circ}\text{C}$ ,保持 $2\text{ min}$ ;以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $200^{\circ}\text{C}$ ,保持 $7\text{ min}$ ;升温至 $260^{\circ}\text{C}$ ,保持 $3\text{ min}$ 。

载气:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$ ,流量 $1.2\text{ mL}/\text{min}$ ,线速度 $29\text{ cm}/\text{s}$ ;或氮气,纯度 $\geq 99.999\%$ ,流量 $1.5\text{ mL}/\text{min}$ ,线速度 $38\text{ cm}/\text{s}$ 。

尾吹气:氮气, $60.0\text{ mL}/\text{min}$ 。

进样量: $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

进样方式:不分流进样。

吹扫放空流量: $60.0\text{ mL}/\text{min}$ ,吹扫放空时间: $0.75\text{ min}$ 。

#### 6.3.2 标准曲线

衍生后的标准工作液进样,以峰面积为纵坐标,对应五氯苯酚浓度为横坐标,进行一元线性回归峰面积—浓度标准曲线方程。

#### 6.3.3 样品测定

样品提取液进样,记录峰面积,从标准曲线方程计算样品待测溶液中五氯苯酚浓度。样品待测溶液中五氯苯酚浓度应在标准曲线浓度范围内。五氯苯乙酸酯的气相色谱图见附录A。

### 6.4 计算

试样中的五氯苯酚的含量按照公式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 样品中五氯苯酚及其钠盐含量(以五氯苯酚计),单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- c —— 由标准曲线方程计算所得样品提取溶液中五氯苯酚浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );
- V —— 样品提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m —— 样品质量,单位为克(g)。

## 7 线性范围、检测限、回收率、精密度

### 7.1 线性范围

0.3  $\mu\text{g}/\text{L}$ ~100  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

### 7.2 检出限

本方法最低检出限为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 7.3 回收率

在样品中添加 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  五氯苯酚时,回收率为 70%~110%。

### 7.4 重复性

样品中五氯苯酚浓度 >10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时,重复性相对标准偏差  $\leq 10\%$ 。

样品中五氯苯酚浓度  $\leq 10$   $\mu\text{g}/\text{kg}$  时,重复性相对标准偏差  $\leq 20\%$ 。

附录 A

(资料性附录)

五氯苯乙酸酯气相色谱图

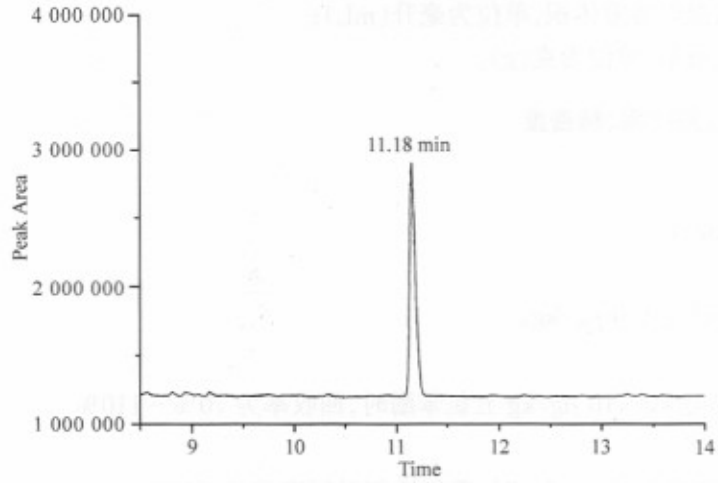


图 A.1 五氯苯乙酸酯气相色谱图